PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number:

2001-088013

(43)Date of publication of application: 03.04.2001

(51)Int.Cl.

B24B 37/00

H01L 21/304

(21)Application number : 11-267439

(71)Applicant: TOYOBO CO LTD

(22)Date of filing:

21.09.1999

(72)Inventor: IMAGAWA HIROSHI

SASAKI YASUSHI

(54) POLISHING PAD

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a polishing pad, wherein a layer to be in direct contact with a polished surface of a wafer has a plurality of independent hollows, a uniform pressure over the whole wafer surface is given, high polishing accuracy for the wafer surface is assured, abrasive grains of sufficient density is kept, a high surface porous density and improved efficiency of polishing speed are obtained, reduction of time required for dressing and reduction of dressing frequency are attained, and there is no neccessity of providing a cushion layer on a rear surface suitable for the polishing pad requiring high flat accuracy of thickness and shape.

SOLUTION: This is a polishing pad made of synthetic resin whose Shore hardness is not less than 50, compression ratio is 1.3–5.5% and compression recovery rate is not less than 50%.

* NOTICES *

JPO and INPIT are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

- 1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.**** shows the word which can not be translated.
- 3.In the drawings, any words are not translated.

DETAILED DESCRIPTION

[Detailed Description of the Invention] [0001]

[Field of the Invention] This invention relates to the polishing pad which performs flattening work processing of material in which advanced surface evenness, such as optical materials, such as a lens and a reflective mirror, a silicon wafer, a glass substrate for hard disks, a resin board for information storage, and a ceramic plate, is required, with stability and high polishing speed. It is preferred for especially the polishing pad of this invention to use the device with which an oxide layer, a metal layer, etc. were formed a silicon wafer and on it for the process which carries out flattening before laminating and forming these layers further.

[0002]

[Description of the Prior Art] The disk of the single crystal silicon called the silicon wafer which manufactures an integrated circuit (IC, LSI) as a typical thing of the material of which advanced surface evenness is required is mentioned. In order that a silicon wafer may form the semiconductor junction which can trust the various thin films used for circuit creation in manufacturing processes, such as IC and LSI, it is required that the surface should be evenly finished with high precision in each thin film creation process.

[0003] Generally, a polishing pad adheres to the pivotable supported disc called a platen, and a semiconductor wafer adheres to the disk called the polishing head in which self-orbital motion is possible. Polish and flattening work are carried out by adding the polishing slurry which generated relative velocity between the platen and the polishing head, and made detailed particles (abrasive grain) suspended in the gap of a polishing pad and a wafer in both rotational movement. Under the present circumstances, when a polishing pad moves in a wafer surface top, an abrasive grain is pushed on a wafer surface in a point of contact. Therefore, polish of a processed surface is performed by the slide dynamical friction operation between a wafer surface and an abrasive grain. Such polishing work is usually called CPM polishing work.

[0004] Polish operation in this CMP polishing process is performed by making the abrasive grain in the slurry which made detailed particles (abrasive grain) suspended hold to the polishing pad to be used. Therefore, polishing speed becomes high, so that the maintenance density of the abrasive grain of a polishing pad is high. For this reason, by using the porous material which usually has many holes as a polishing pad, and making an abrasive grain hold by a hole, maintenance density of an abrasive grain is made high and making polishing speed high is performed. In this porous material, in order to enlarge maintenance density of an abrasive grain, it is effective to increase the number of holes and to make the path of a hole small.

[0005]Conventionally, as a polishing pad used for the above-mentioned highly precise polish, the polyurethane foam sheet whose void volume is generally about 30 to 35% is used. Art given in the Patent Publication Heisei No. 500622 [eight to] gazette which indicated the polishing pad which distributed a hollow microsphere or water soluble polymer powder to matrix resin, such as

polyurethane, is also publicly known. [0006]

[Problem(s) to be Solved by the Invention] However, the polishing pad which uses the conventional polyurethane sheet has the following problems.

[0007](1) Although the flattening capability with an above-mentioned local polyurethane foam sheet used for the conventional CPM polishing work is excellent, since a compression ratio is small in it being at about 0.5 to 1.0%, therefore insufficient of cushioning properties, it is difficult to give a uniform pressure to an entire wafer surface. In order to obtain sufficient cushioning properties, if it is necessary to raise void volume for making the compression ratio of a polyurethane foam sheet about 2% and void volume is raised, it will not be avoided that a compression recovery factor and surface hardness fall. If a compression recovery factor and surface hardness fall, the consolidation of a polishing pad will happen by repetition of opening of the compression in a polishing process and load, and the problem that process tolerance falls will arise. In order to prevent the fall of such polishing accuracy, a soft cushion layer is usually separately provided in the back of a polyurethane foam sheet, and polishing work is performed. Therefore, the flattening capability of the wafer surface of a polyurethane foam sheet is reduced substantially, and improvement in process tolerance has a limit.

[0008](2) Polyurethane foam must be a closed cell in order that it may make a hole surface with a dressing, when a polishing pad causes blinding like the after-mentioned. Closed cell polyurethane foam is mixed under existence of a foaming agent, in a metallic mold, injection molding of it is carried out, it polymerizes, and, generally, makes a polyisocyanate compound and a polyhydroxy compound block-shaped foam. Thus, since the foam manufactured is formed when foam evaporates and expands, the hole, i.e., air bubbles, is a globular form, and 50 micrometers is the minimum, even if it is very difficult for the diameter of a hole to be 100 micrometers or less by average value and measures separately. For this reason, the maintenance density of an abrasive grain is not enough. [0009](3) If polish operation is performed using polishing slurry, grinding waste and the abrasive grain which deteriorated are got clogged in a hole, polishing speed falls, and it will become a cause of the crack (scratch) of the flat face of a polishing object, and a working characteristic will fall. And when micropore will be in a clogged state, it is very difficult to unearth processing refuse etc. thoroughly and to return them to an initial state. Then, a diamond wheel etc. are used, the work cutting off the pad surface of a dressing is performed, and the work which takes out and carries out the reuse of the field which the hole exposed like an initial state is done. However, since the hole of the present polyurethane foam is spherical and the diameter of a hole moreover averages, and it is about 100 micrometers, in order to send the field of an initial state stably. While making a surface structure uniform, it is necessary to also make section structure uniform and to shave off with a dressing the portion which is equivalent to the diameter of a hole at least. Since the surface polish by a dressing can perform every [slight thickness], when carrying out the dressing of the polyurethane foam by a diamond wheel, as time required in order to shave off 100 micrometers, 1 to 2 hours is required for it. Also in order to be unable to perform wafer polish but to raise a wafer throughput in the meantime, it is required that the time which a dressing takes is shortened, and that dressing frequency should be lessened.

[0010](4) In order to raise the accuracy of the surface smoothness of the surface of a polishing object, it has a meaning with important thickness accuracy of a polishing pad and accuracy of form. The foam block acquired by making the conventional polyurethane foam sheet above by a band saw etc. The thickness accuracy of the urethane sheet which is obtained by slicing and starting in thickness of about 1–2 mm, and was produced by doing in this way is about 5 to 6% in 3sigma, and is insufficient as accuracy required of the polishing pad of which highly precise surface smoothness is required.

[0011] According to art given in the above-mentioned Patent Publication Heisei No. 500622 [eight to] gazette, as a polishing sheet which has a hole, Only the example which uses a hollow

microsphere is indicated (example 1), the hole is spherical, and it is spherical and the diameter of a hole has an about 100-micrometer problem which is the same (1) - (4) as the above-mentioned polyurethane foam.

[0012] The picture acquired by the scanning electron microscope of the commercial typical polishing pad (Rodel, Inc. IC-1000), When the number of holes is counted with the image processing device V-10 (made by Toyobo), the hole density of the surface is about 1100-piece/mm², and to make it still larger is demanded for the improvement in polishing speed.

[0013] The purpose of this invention is to provide the polishing pad which the layer in contact with the processed surface of a direct wafer has many independent caves, and has moderate hardness, a compression ratio, and a compression recovery factor, and solves the problem of above-mentioned (1) – (4), and fills a demand and which does not need to provide a cushion layer in a rear face. [0014]

[Means for Solving the Problem] This invention is a polishing pad made of a synthetic resin, and it is characterized by the Shore D hardness's being 50 or more, and a compression ratio being [1.3 to 5.5% and a compression recovery factor] not less than 50%.

[0015] The polishing pad which has the above-mentioned composition does not need to provide a cushion layer, and it can perform highly precise polish, without spoiling flattening capability which a polishing layer originally has as a result. That is, also locally and on the whole, process tolerance improves.

[0016] The Shore D hardness of hardness is too low at less than 50, and in less than 1.3, a consolidation of a polishing pad all happens by repetition of opening of compression [in / in a compression ratio / a polishing process] and load, process tolerance falls, and if it exceeds 5.5%, a problem that flattening accuracy falls will arise. At less than 50%, a mist beam consolidation happens and a compression recovery factor is not preferred.

[0017]A compression ratio is 1.8 to 2.5% especially preferably 1.5 to 4.0% more preferably. It is preferred for a synthetic resin that they are thermoplastics, especially high rigidity thermoplastics. The higher one of a compression recovery factor, i.e., a direction near 100%, is good.

[0018] A compression ratio and a compression recovery factor are expressed with the following formula.

Compression ratio (%) =100 (T₁-T₂) / T₁ compression recovery factor (%) =100(T₃-T₂)/(T₁-T₂)

 T_1-T_3 use a cylindrical indenter 5 mm in diameter here, T_1 : When load of the stress of 300 g/cm² is carried out over 60 seconds from an unloaded condition. After considering it as stress of 300 g/cm² over 60 seconds from a state of thickness T_3 : T_2 of a sheet when load of the stress of 1800

g/cm² is carried out over 60 seconds from a state of thickness T_2 : T_1 of a ** sheet, It is the thickness of a sheet when it holds for 60 seconds to stress of 300 g/cm².

[0019]It is inside suitable for a polishing pad of this invention that it is cavernous content thermoplastics containing many independent caves.

[0020] The above-mentioned composition can attain easily hardness of this invention, a compression ratio, and a compression recovery factor.

[0021]

[Embodiment of the Invention]As a synthetic resin which constitutes the polishing pad of this invention, The thermoplastics of high rigidity, i.e., a high compression elastic modulus, is used suitably as mentioned above, and, specifically, polyester resin, such as polyethylene terephthalate (PET), polypropylene (PP), polyethylene (PE), polyamide (PA), etc. are illustrated.

[0022] If it is about a means to form many caves in a synthetic resin, the method of mixing immiscible nature thermoplastics to a synthetic resin (matrix resin), and forming this immiscible nature thermoplastics as a core is preferred.

[0023] When using PET as matrix resin which constitutes a polishing pad, it is preferred for

immiscible nature thermoplastics that it is a thing containing at least one or more kinds in polystyrene system resin, polymethylpentene system resin, and a polypropylene regin. [0024]By using the above-mentioned immiscible nature thermoplastics as thermoplastics which does not have compatibility in polyester, the path of a hole is small flat and, moreover, a cavernous content polyester system sheet layer with high density of a surface hole can be obtained. The "surface" is a meaning which is acquired by carrying out a dressing and also including the surface newly exposed from the inside of a sheet.

[0025]When using PP and PE as matrix resin which constitutes a polishing pad, bridge construction type polymethylmethacrylate etc. are illustrated as suitable immiscible nature thermoplastics. [0026]It is a desirable embodiment to use polyester resin and to use the resin which mixed polystyrene system resin and specific polyolefin system resin by the specific weight ratio as immiscible nature thermoplastics as matrix resin which constitutes a polishing pad. Polystyrene system resin, polymethylpentene system resin, and a polypropylene regin are specifically contained, When a (wt%) and said polymethylpentene system resin content are set to b (wt%) and said polypropylene regin content is set to c (wt%) for said polystyrene–system–resin content in polishing pad composition resin, It is preferred that it is that with which it is satisfied of $0.01 \le a/(b+c) \le 1$ c/b<=13 <=a+b+c<=50.

[0027]In being so large that the amount of polystyrene system resin or the polymethylpentene system resin used stops filling a mentioned range, In being so small that the tendency in which these immiscible nature thermoplastics carries out coarse—grained fraction powder is strong, nonuniformity occurs in a polishing pad surface and immiscible nature thermoplastics stops filling a mentioned range, although improved, a limit produces the above—mentioned nonuniformity to enlarge cavernous content of a sheet.

[0028]A circular thing is preferred, although the shape of the polishing pad of this invention may be chosen by the device etc. to be used and a square, a rectangle, a polygon, a round shape, etc. may be any.

[0029]It is also a suitable mode to establish the slot which is continuous state and carries out an opening to the end face of a polishing pad, the polishing surface, i.e., the independent cavernous polyester sheet side, of a polishing pad of this invention. The grinding waste of these slots etc. by which it was generated by polish are effective in discharging from a polished surface what may damage a polishing surface. As for a tooth depth, 0.1 mm - about 0.5 mm are preferred, and it is preferred to be formed in an independent cavernous polyester sheet side at intervals of about 1-5 mm. The sectional shape in particular of a slot is not limited [triangle / arc shape,]. [0030]In order to acquire the same effect as an above-mentioned slot, it is a mode also with suitable also providing a breakthrough by the punching method etc. for a cavernous content polyester sheet. As for the distance with the adjoining hole, although in particular the size and allocation pitch of said breakthrough are not limited, as for the diameter of a breakthrough, it is preferred that they are 0.5 mm - about 5 mm, and it is preferred that they are 1.2 mm - 12 mm. If the diameter of a breakthrough is too large, a polishing effect will fall, polyester sheet intensity also falls, and if too small, the effect of a breakthrough will not be demonstrated enough. If distance with the adjoining hole is too small, polyester sheet intensity will fall, if too large, the density of a breakthrough will become small too much and an effect will no longer be acquired enough. [0031]It faces performing polishing work using the polishing pad of this invention, and it is a suitable mode to use a publicly known auxiliary agent, for example, lubricant and abrasive soap, and the slurry which made abrasive soap, such as alumina, Seria, and silica, and these specifically distributed and suspended at water or a liquefied organic compound is illustrated.

[0032] Below, the still more concrete characteristic and its manufacturing method are described especially about a suitable void containing polyester film as a polishing pad of this invention. As for detailed void volume, it is preferred that it is more than 10 volume %, it is more desirable especially preferred that it is 20 to 80 volume %, and a void containing polyester film is 25 to 50 volume %. As

for a second order transition point, although it does not limit, it is preferred that it is not less than 65 **. If the density of a hole does not become high but void volume exceeds 80 volume % by less than 10 volume %, the intensity of a pad will fall.

[0033] Void volume is calculated by void volume (%) = 100x (true-specific-gravity-apparent specific gravity) / true specific gravity.

[0034] Polyester for manufacturing a suitable independent cavernous content polyester sheet in this invention, It is polyester which makes carry out the polycondensation of aromatic dicarboxylic acid, such as terephthalic acid, isophthalic acid, and naphthalene dicarboxylic acid, or ester of those, and the glycols, such as ethylene glycol, a diethylene glycol, 1,4-butanediol, and neopentyl glycol, and is manufactured.

[0035]. [whether these BORIESUTERU carries out the direct reaction of aromatic dicarboxylic acid and the glycol, and] It manufactures by methods of having carried out the ester exchange reaction of the alkyl ester and glycol of aromatic dicarboxylic acid, such as carrying out a back polycondensation or carrying out the polycondensation of the diethylene glycol ester of aromatic dicarboxylic acid.

[0036]As an example of representation of above-mentioned polyester, polyethylene terephthalate, polyethylene butylene terephthalate, the polyethylene 2, 6-naphthalate, etc. are mentioned. This polyester may be a homopolymer and may be the copolymer which carried out copolymerization of the third component. anyway, the polyester used in this invention — an ethylene terephthalate unit, a butylene terephthalate unit, or an ethylene—2,6-naphthalate unit — more than 70 mol % — more than 80 mol % and polyester which is more than 90 mol % still more preferably are preferably preferred.

[0037]The non-compatibility nature thermoplastics used for manufacture of a cavernous content polyester sheet in this invention must be a thing of immiscible nature at the above-mentioned polyester. Specifically, polystyrene system resin, polyolefin system resin, poly acrylic resin, poly car BONE ******, polysulfone system resin, etc. and the resin that makes these the main ingredients are raised. As desirable resin, resin containing one or more sorts of polyolefin system resin, such as polymethylpentene system resin and a polypropylene regin, and polystyrene system resin is especially suitable to use together.

[0038] Polystyrene system resin is thermoplastics which includes polystyrene architecture as a basic building block, It is a meaning which contains graft polymerization or the modified resin which carried out block copolymerization for other monomer components other than homopolymers, such as ATAKU tick polystyrene, syndiotactic polystyrene, and eye SOTAKU tick polystyrene. As this modified resin, a mixture with resin, such as high-impact-polystyrene resin, denaturation polystyrene resin, and polyphenylene ether that has compatibility to homopolymers or these resin further, is also illustrated.

[0039]The manufacturing method of the cavernous content polyester sheet suitable as a polishing pad in this invention for below is explained. By the method which applied to this method correspondingly also when other matrix resin was used, a polishing pad is producible. [0040]In this invention, the polymer mixture with which polyester and this polyester were made to mix the thermoplastics of immiscible nature first is manufactured. After this polymer mixture mixes the chip of each resin and carries out melt kneading within an extrusion machine, for example, the method of obtaining by extruding and solidifying — it solidifying after kneading both resin and with a kneading machine, beforehand, The chip which added the thermoplastics of immiscible nature, carried out stirring distribution, and was obtained in polyester in the polymerization process of the method of performing melt extruding again and solidifying from an extrusion machine and polyester can be obtained by methods, such as the method of performing melt extruding and solidifying. The polymer sheet (unextended sheet) produced by solidifying is usually a thing of non-orientation or a weak oriented state. The thermoplastics of immiscible nature takes in polyester the gestalt which it was spherical or was distributed in various shape, such as an ellipse globular shape or the shape of

thread, in polyester, and exists in it.

[0041]In the above-mentioned polymer mixture, an inorganic particle can be contained if needed for adjustment of a detailed cave, or adjustment of the slide nature of a film. Although cerium oxide, zirconium oxide, an aluminum oxide, chrome oxide, titanium oxide, a silicon dioxide, calcium carbonate, barium sulfate, etc. are illustrated as an inorganic particle, it is not limited in particular. [0042]In this way, orientation treatment is carried out to at least 1 axis by extension (inflation extension) by extending by the extension (tenter extension) and pneumatic pressure by grasping and opening the obtained polymer mixture with the extension (roll extension) and the clip between the rolls which had the speed difference further, etc. At this time, exfoliation takes place by an interface with the immiscible nature thermoplastics distributed in polyester and polyester, many caves occur in a polymer mixture, and a cavernous content polyester sheet is formed.

[0043] Although the addition of immiscible ****************** changes with quantity of the detailed cave made into the purpose in the polyester mixed in polyester, its three to 50 weight section is preferred to polyester 100 weight section in it, and its ten to 40 weight section is especially preferred in it. In less than three weight sections, increasing the generated amount of a detailed cave has a limit. When an immiscible nature thermoplastics addition is increased, it becomes high, the density of a surface hole becomes high, and it is desirable, but if 50 weight sections are exceeded, the heat resistance and intensity which polyester film has may be spoiled greatly, and are not preferred.

[0044]As mentioned above, since the polishing pad of this invention can be manufactured by extrusion molding, it can be controlled by density change of a thickness direction to about 1 to 2% as compared with the conventional polyurethane system polishing pad (density change is 15 to 20%).

[0045] The conditions which carry out orientation treatment of this polymer mixture are closely related to generation of a detailed cave, therefore, a flat knot — the conditions for attaining a target — for example, when the serial biaxial stretching process most generally performed is mentioned as an example, after carrying out roll extension of the continuation sheet of this polymer mixture at a longitudinal direction, in the case of the serial biaxial extending method which carries out tenter extension, it is as follows crosswise. In order to generate many detailed caves in roll extension, it is preferred to make temperature into the secondary transition temperature of +30 ** or less of polyester, and to make draw magnification into 1.2 to 5 times. In order to be stabilized without fracturing in tenter extension and to form a sheet, it is preferred for temperature to be 80–150 ** and to make draw magnification into 1.2 to 5 times. However, it is not restricted to these methods. [0046] Cavernous density, void volume (expansion ratio), the size of a cave, shape, etc. are adjusted with the addition of immiscible nature thermoplastics, an extension method, draw magnification, the character of the inorganic particle added if needed, an addition, etc. When conventional polyurethane was used, void volume was restricted to 30 to 35%, but according to this invention, void volume can be easily adjusted to the still wider range.

[0047]It is [extension method] usable in both uniaxial stretching and biaxial stretching. According to the biaxial-stretching method, about heat resistance and a physical property, the outstanding cavernous content synthetic resin made sheet is obtained, but that in which thickness exceeds 500 micrometers is difficult, and needs to set several sheets to about 1 mm which is the thickness of the polishing pad by which normal use is pasted together and carried out. In the case of a uniaxial-stretching method, a 1-mm-thick cavernous content synthetic resin made sheet is easily producible. Although it is inferior in heat resistance as compared with a biaxial-stretching method, the temperature at the time of polish does not exceed 50 **, it is below the glass transition temperature of a synthetic resin, and a practical problem does not arise.

[0048] The density of the hole of the surface of the cavernous content polyester sheet manufactured as mentioned above, when immiscible nature resin is added and it extends to length and 2.5 times each wide so that it may become 30% of void volume, the density of the hole of the

surface of the sheet obtained also becomes thousands-15,000 piece [/mm]², is markedly boiled as compared with the polishing pad obtained by conventional technology, and there is. [much] Since there are many the diameter of a hole being small and numbers, abrasive grain maintenance density becomes large. As a result, the improvement in polishing speed can be attained. [0049]It becomes possible for the Shore D hardness to realize a compression recovery factor 65 or more 80 to 90% also as 2% of which the compression ratio of a cavernous content sheet is required by the polishing pad of cushion layer needlessness by use of the thermoplastics of the high compression elastic modulus illustrated with a cavernous content polyester sheet. That is, the polishing pad for the CMP polishing work of cushion layer needlessness is obtained. [0050]The shape where the shape of the cave of the cavernous content polyester sheet manufactured by the above-mentioned method is an ellipse form (A) with long shape where it saw from the direction of the surface as shown in drawing 1, and it saw from the thickness direction is dished [with a shallow bottom] (B). The shape of this hole is determined by the draw magnification of the lengthwise direction of a sheet, and a transverse direction, in order to carry out lateral orientation after vertical extension, a lengthwise direction (sheet longitudinal direction) serves as a major axis, and a transverse direction and a thickness direction usually serve as a minor axis. As a major axis, what is about 1-5 micrometers can manufacture 1-4 micrometers and the depth as 5-30 micrometers and a minor axis. Thus, since the hole in which especially a thickness direction is far smaller than the diameter (about 100 micrometers) of a hole of the polishing pad of conventional

[0051] Since thickness regulation can be carried out by extrusion molding by a T die when manufacturing the cavernous content thermoplastic resin sheet which constitutes the polishing pad of this invention, the sheet thickness accuracy within a field is high, and it can store to about at least 1 to 2% in 3 sigma. in the urethane foam of the present slice machining, it is clear that it comes out at most, is about 5 to 6% in 3 sigma, and is a polishing pad which has the smooth nature excellent in this invention as mentioned above. Since it has this surface smoothness immediately after manufacture, the effect that the head end process of a polishing pad can be simplified is also acquired.

technology is acquired, shortening of the time which a dressing takes is attained by leaps and

[0052] The continuous process which is the usual film manufacturing process is applicable to manufacture of the cavernous content thermoplastic resin sheet which is a polishing layer of the polishing pad of this invention. It compares with what each process cannot but depend on a batch process like the conventional foaming urethane sheet like a foaming process, cross linking agent addition and a mixing process, an injection molding process, and a slice step, and a process is easy and it can manufacture by low cost.

[0053] The cavernous content thermoplastic resin sheet of this invention can be created by arbitrary thickness. Therefore, naturally the about 1-mm thing adopted with the present polyurethane can be created, and the thing of the thickness not more than it can also be manufactured.

[0054]By not less than 130 **, preferably, the detailed cavernous content thermoplastic resin sheet which carried out stretching treatment can raise the dimensional stability in an elevated temperature, if heat setting is performed above 180 **, and the endurance to local frictional heat is improved.

[0055]

bounds.

[Example]PET which is high rigidity thermoplastics considering the example of this invention as a synthetic resin is used, and it explains based on the example used as the sheet which contains many independent caves using immiscible nature thermoplastics.

 $\lfloor 0056 \rfloor$ A cylindrical indenter 5 mm in diameter was used for the compression ratio and the compression recovery factor, they measured T₁ - T₃ at 25 ** by TMA by Mac Saiensu-Sha, and asked for them by the following formula.

[0057]

Compression ratio (%) =100 (T_1-T_2) / T_1 compression recovery factor (%) =100(T_3-T_2)/(T_1-T_2) T_1 : When load of the stress of 300 g/cm² is carried out over 60 seconds from an unloaded condition. After considering it as the stress of 300 g/cm² over 60 seconds from the state of thickness $T_3:T_2$ of a sheet when load of the stress of $1800g[/cm]^2$ is carried out over 60 seconds from the state of thickness $T_2:T_1$ of a ** sheet, It is the thickness of a sheet when it holds for 60 seconds to the stress of $300g[/cm]^2$.

[0058](Creation of the polishing pad sample 1) The mixture of polyethylene terephthalate (PET) 85 weight section of intrinsic viscosity 0.62 and polystyrene (Mitsui Toatsu Chemicals, Inc. make TOPO REXX 570-57U) 15 weight section of the melt flow index 2.0 is supplied to a vent type twin screw extruder. It kneaded, and from the T die of the extrusion machine, it extruded to cooling drum lifting with a temperature of 30 **, and the 1800-micrometer-thick unextended sheet was obtained. Then, this unextended sheet was heated at 85 **, and 3.4 times as many vertical extensions were given with an extension roll. Subsequently, it heated at 120 ** and 3.2 times as many crosswise extensions were performed by the tenter. Thus, the thickness of the obtained sheet was 235 micrometers, apparent specific gravity was 1.005 and the void content was about 30%. This cavernous content polyester sheet was laminated via four sheets and an adhesives layer, and the 0.95-mm-thick sheet (cavernous content polyester sheet 1) was obtained after having boiled (the cavernous content polyester sheet 1), receiving and performing punching treatment of 2 mm in diameter, and a 5-mm pitch, it pierced to 300 mm in diameter disc-like, and was considered as the polishing pad sample 1. Thus, as for 13500-piece/mm² and a compression ratio, the cavernous density of the Shore D hardness of the compression recovery factor was [obtained polishing pad sample 1] 67 75% 1.9%.

[0059](Creation of the polishing pad sample 2) The slot of the shape of a lattice 2 mm in width and 0.4 mm in depth was formed in the surface of the cavernous content polyester sheet 1 used for production of the polishing pad sample 1 at intervals of 10 mm, and it pierced to 300 mm in diameter disc-like, and was considered as the polishing pad sample 2. Thus, the obtained polishing pad sample 2 is the same with the polishing pad sample 1, and the cavernous density of the Shore D hardness of the compression recovery factor was [13500 piece/mm² and compression ratio] 67 75% 1.9%. [0060](Polishing pad sample 3) Supply the mixture of polyethylene terephthalate (PET) 85 weight section of intrinsic viscosity 0.62, and polypropylene (Sumitomo Chemical FS2011) 15 weight section of the melt flow index 2.5 to a vent type twin screw extruder, and it is kneaded. From the T die of the extrusion machine, it extruded to cooling drum lifting with a temperature of 30 **, and the 3500micrometer-thick unextended sheet was obtained. Then, this unextended sheet was heated at 125 **, and 5 times as many vertical extensions were given with an extension roll. Subsequently, it heated at 165 ** by the tenter, and 5 times as many crosswise extensions were performed. Thus, the thickness of the obtained sheet was 230 micrometers, specific gravity was 0.59 and the void content was about 35%. Furthermore, this cavernous joint-right sheet was laminated via four sheets and an adhesives layer, and the 0.94-mm-thick sheet (cavernous joint-right sheet 2) was obtained. [0061] After performing hunching processing of 2 mm in diameter, and a 5-mm pitch to the surface of the obtained cavernous joint-right sheet 2, it pierced to 300 mm in diameter disc-like, and was considered as the polishing pad sample 3. As for 11500-piece/mm² and a compression ratio, the Shore D hardness of the compression recovery factor was [cavernous density of the polishing pad sample 3] 58 68% 2.1%.

[0062](Polishing pad sample 4) IC-1000A21 (upper layer) / SUBA400 (lower layer = cushion layer) layered-product pad (made by Rodel, Inc.) which is a commercial polishing pad made from polyurethane were made into the polishing pad sample 4.

[0063](Polishing pad sample 5) Use ******** of polyethylene terephthalate 90 weight section of intrinsic viscosity 0.62, and polystyrene 10 weight section of the melt flow index 2.0, and by the same method as (the cavernous content sheet 1). Vertical extension and crosswise extension were carried out and the 170-micrometer-thick cavernous content sheet (cavernous content sheet 3) was produced. The specific gravity of the obtained sheet was 1.31 and cavernous content was 6%. After laminating five sheets of this sheet via the adhesives layer and using it as a 0.85-mm-thick sheet like the polishing pad sample 1, punching treatment was performed, and it pierced to 300 mm in diameter disc-like, and the polishing pad sample 5 was obtained. As for 1000-piece/mm² and a compression ratio, the Shore D hardness of the compression recovery factor was [cavernous density of the polishing pad sample 5] 70 89% 0.7%.

[0064](Polishing pad sample 6) Use ******** of polyethylene terephthalate 60 weight section of intrinsic viscosity 0.62, and polystyrene 40 weight section of the melt flow index 2.0, and by the same method as (the cavernous content sheet 1). Vertical extension and crosswise extension were carried out and the 340-micrometer-thick cavernous content sheet (cavernous content sheet 4) was produced. The specific gravity obtained (cavernous content sheet 4) was 1.31, and cavernous content was 6%. After laminating three sheets of this sheet via the adhesives layer and using it as a 1.02-mm-thick sheet like the polishing pad sample 1, punching treatment was performed, and it pierced to 300 mm in diameter disc-like, and the polishing pad sample 5 was obtained. As for 23000-piece/mm² and a compression ratio, the Shore D hardness of the compression recovery factor was [cavernous density of the polishing pad sample 5] 48 45% 6.0%.

[0065][Polish evaluation] It was used for evaluation by having used as the processing material the wafer in which a 5000-A SiO₂ film was formed on the single-crystal-silicon surface, and polish evaluation was performed on condition of the following. As a polish device, general lap master / LM15 (phi 4-inch correspondence) were used as a test polish device. moreover — as polishing slurry — Seria (CeO₂) — sol (made by the Nissan chemicals company) was used. The wafer which is a work material is held on water adsorption / standard backing material (NF200) conditions to a polishing head, Stick the above-mentioned polishing pad samples 1–6 on a platen (polishing pad buck), respectively, fix to it, and as polishing pressure as relative velocity between 200g/cm², a polishing head, and a platen, 30 m/min was given, polish operation was performed for 2 minutes in polishing slurry speed-of-supply 110 cc/min, and polishing speed was measured. [0066][Non-uniformity evaluation] Rmax and Rmin were measured about 25 polished surfaces of the phi4 inch wafer after polish using the sensing pin meter, the numerical value (%) by formula 100x

(Rmax -Rmin)/(Rmax+Rmin) was calculated, and it was considered as the evaluation result of Non-uniformity of the whole wafer surface. The result was shown in Table 1.

[0067]

[Table 1]

研磨パッドサンプル	研磨速度(Å/min)	Non-uniformity (%)
1(実施例)	1600	7. 8
2 (実施例)	1800	7. 1
3(実施例)	1400	8. 5
4 (比較例)	980	10.5
5 (比較例)	6 5 0	20.5
6 (比較例)	950	20.5

[Translation done.]

* NOTICES *

JPO and INPIT are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

- 1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.*** shows the word which can not be translated.
- 3.In the drawings, any words are not translated.

CLAIMS

[Claim(s)]

[Claim 1]A polishing pad made of a synthetic resin, wherein the Shore D hardness is 50 or more and a compression ratio is [1.3 to 5.5% and a compression recovery factor] not less than 50%. [Claim 2]The polishing pad according to claim 1 being cavernous content thermoplastics which contains many independent caves inside.

[Translation done.]

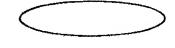
* NOTICES *

JPO and INPIT are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

- 1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.**** shows the word which can not be translated.
- 3.In the drawings, any words are not translated.

DRAWINGS

[Drawing 1] (A)



(B)

[Translation done.]

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号 特開2001-88013 (P2001-88013A)

(43)公開日 平成13年4月3日(2001.4.3)

(51) Int.Cl.⁷

識別記号

FΙ

テーマコート*(参考)

B 2 4 B 37/00

H01L 21/304

622

B 2 4 B 37/00

C 3C058

H01L 21/304

622F

審査請求 未請求 請求項の数2 OL (全 8 頁)

(21)出願番号

特願平11-267439

(22)出願日

平成11年9月21日(1999.9.21)

(71)出願人 000003160

東洋紡績株式会社

大阪府大阪市北区堂島浜2丁目2番8号

(72)発明者 今川 容

滋賀県大津市堅田二丁目1番1号 東洋紡

績株式会社総合研究所内

(72)発明者 佐々木 靖

滋賀県大津市堅田二丁目1番1号 東洋紡

績株式会社総合研究所内

(74)代理人 100092266

弁理士 鈴木 崇生 (外4名)

Fターム(参考) 3C058 AA07 AA09 CA01 CB01 CB03

CB10 DA17

(54) 【発明の名称】 研磨パッド

(57)【要約】

【課題】直接ウエハーの加工面と接触する層が独立空洞を多数有しており、ウエハー全面に均一な圧力を与えることが可能で、ウエハー表面の加工精度が高く、砥粒の保持密度が十分であり、表面の空孔密度が高く、研磨速度向上効果があり、ドレッシングに要する時間の短縮、及びドレッシング頻度の減少が可能で、厚み精度、形状精度が高精度の平坦性を要求される研磨パッドに適合した裏面にクッション層を設ける必要がない研磨パッドを提供する。

【解決手段】ショアD硬度が50以上、圧縮率が1.3 ~5.5%、かつ圧縮回復率が50%以上である合成樹 脂製の研磨パッドとする。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 ショアD硬度が50以上、圧縮率が1.3~5.5%、かつ圧縮回復率が50%以上であることを特徴とする合成樹脂製の研磨パッド。

【請求項2】 内部に独立空洞を多数含有する空洞含有 熱可塑性樹脂であることを特徴とする請求項1に記載の 研磨パッド。

【発明の詳細な説明】

[0001]

【発明の属する技術分野】本発明は、レンズ、反射ミラ 10 一等の光学材料やシリコンウエハー、ハードディスク用 のガラス基板、情報記録用樹脂板やセラミック板等の高度の表面平坦性を要求される材料の平坦化加工処理を安定、かつ高い研磨速度で行う研磨パッドに関するものである。本発明の研磨パッドは、特にシリコンウエハー並びにその上に酸化物層、金属層等が形成されたデバイスを、さらにこれらの層を積層・形成する前に平坦化する工程に使用することが好適である。

[0002]

【従来の技術】高度の表面平坦性を要求される材料の代 20 表的なものとしては、半導体集積回路(IC, LSI)を製造するシリコンウエハーと呼ばれる単結晶シリコンの円板が挙げられる。シリコンウエハーは、IC、LS I等の製造工程において、回路作成に使用する各種薄膜の信頼できる半導体接合を形成するために、各薄膜作成工程において表面を高精度に平坦に仕上げることが要求される。

【0003】一般的には、研磨パッドはプラテンと呼ばれる回転可能な支持円盤に固着され、半導体ウエハーは自公転運動可能な研磨ヘッドと呼ばれる円盤に固着され 30 る。双方の回転運動により、プラテンと研磨ヘッドとの間に相対速度を発生させ、研磨パッドとウエハーとの間隙に微細な粒子(砥粒)を懸濁させた研磨スラリーを付加することで、研磨、平坦化加工が実施される。この際、研磨パッドがウエハー表面上を移動する時、接触点で砥粒がウエハー表面上に押しつけられる。従って、ウエハー表面と砥粒との間の滑り動摩擦的な作用により加工面の研磨が実行される。このような研磨加工は、通常CPM研磨加工と称されている。

【0004】かかるCMP研磨工程における研磨操作は、微細な粒子(砥粒)を懸濁させたスラリー中の砥粒を、使用する研磨パッドに保持させることにより行われる。従って、研磨パッドの砥粒の保持密度が高いほど研磨速度が高くなる。このため、研磨パッドとしては、通常多数の空孔を有する多孔質材料が使用され、空孔で砥粒を保持させることによって、砥粒の保持密度を高くし、研磨速度を高くすることが行われている。かかる多孔質材料においては、砥粒の保持密度を大きくするためには、空孔の数を多くし、かつ空孔の径を小さくすることが有効である。

【0005】従来、上記の高精度の研磨に使用される研磨パッドとしては、一般的に空洞率が30~35%程度のポリウレタン発泡体シートが使用されている。また、ポリウレタン等のマトリックス樹脂に中空微小球体又は水溶性高分子粉末等を分散した研磨パッドを開示した特末8-500622号公報に記載の技術も公知であ

[0006]

【発明が解決しようとする課題】しかし、従来のポリウレタンシートを使用した研磨パッドは、以下の問題を有する。

【0007】(1)従来のCPM研磨加工に使用される 上述のポリウレタン発泡体シートは、局部的な平坦化能 力は優れたものであるが、圧縮率が0.5~1.0%程 度でと小さく、従ってクッション性が不足しているため にウエハー全面に均一な圧力を与えることが難しい。十 分なクッション性を得るために、ポリウレタン発泡体シ ートの圧縮率を2%程度にするには空洞率を高めること が必要になり、空洞率を高めると圧縮回復率、表面硬度 が低下することが避けられない。圧縮回復率、表面硬度 が低下すると、研磨工程における圧縮と荷重の開放の繰 り返しにより研磨パッドの圧密化が起こり、加工精度が 低下するという問題が起こる。このような研磨精度の低 下を防止するために、通常、ポリウレタン発泡体シート の背面に柔らかいクッション層が別途設けられ、研磨加 工が行われる。そのためにポリウレタン発泡体シートの ウエハー表面の平坦化能力が実質的に減殺され、加工精 度の向上に限界がある。

【0008】 (2) 研磨パッドは、後述のように目詰まりを起こした際にドレッシングにより空孔を表面化させる必要があるために、ポリウレタン発泡体は独立気泡でなければならない。独立気泡ポリウレタン発泡体は、一般的には、ポリイソシアネート化合物とポリヒドロキシ化合物を、発泡剤の存在下に混合し、金型内に射出成形して重合し、ブロック形状の発泡体とするものである。このようにして製造される発泡体は、発泡体が気化・膨張することによって形成されるため、その空孔、即ち気泡は球形であり、空孔径を平均値にて100μm以下とすることは極めて困難であり、個々に測定しても50μmが最小である。このために、砥粒の保持密度が十分ではない。

【0009】(3)研磨スラリーを使用して研磨操作を行うと、研磨屑とか劣化した砥粒が空孔に目詰まりし、研磨速度が低下し、また研磨対象の平坦面のキズ(スクラッチ)の原因となり、加工特性が低下する。しかも、微細孔が目詰まり状態になると加工屑などを完全に掘り出して初期状態に戻すことはきわめて難しい。そこで、ダイヤモンド砥石などを使用して、ドレッシングというパッド表面を削り取る作業を施し、初期状態と同様、空50 孔が露出した面を出して再使用する作業が行われる。と

ころが、現状のポリウレタン発泡体の空孔は球状であって、しかも空孔径が平均して 100μ m程度であるため、初期状態の面を安定的に出すためには、表面構造を均一にするとともに、断面構造も均一にする必要があり、少なくとも空孔径に相当する部分をドレッシングによる表面が磨は、わずかの厚みずつしか行えないために、ポリウレタン発泡体をダイヤモンド砥石でドレッシングする場合、 100μ m削り取るために要する時間としては、 $1\sim2$ 時間が必要である。この間はウエハー研磨ができず、ウエハースループットを高めるためにも、ドレッシングに要する時間を短縮すること、及びドレッシング頻度を少なくすることが要求されている。

【0010】(4)研磨対象の表面の平坦性の精度を高めるためには、研磨パッドの厚み精度、形状精度が重要な意味を有する。従来のポリウレタン発泡体シートは、上述のようにして得られた発泡体ブロックをバンドソーなどにより、 $1\sim2\,\mathrm{mm}$ 程度の厚みにスライスして切り出すことにより得られるものであり、このようにして得られたウレタンシートの厚み精度は、 $3\,\mathrm{g}$ で5 $\sim6\,\%$ 程 20度であり、高精度の平坦性を要求される研磨パッドに要求される精度としては、不十分である。

【0011】また、上記特表平8-500622号公報記載の技術によれば、空孔を有する研磨シートとしては、中空微小球体を使用した例のみが開示されており

(実施例1)、空孔は球状であると共に空孔径は100 μ m程度の球状であり、上記ポリウレタン発泡体と同じ (1) \sim (4) の問題を有している。

【0012】市販の代表的な研磨パッド (ロデール社製 IC-1000) の走査型電子顕微鏡により得られた画 30 像を、画像処理装置V-10 (東洋紡績製) にて空孔数をカウントしたところ、表面の空孔密度は、約1100 個/mm 2 であり、研磨速度向上のためには、さらに多くすることが要求される。

【0013】本発明の目的は、直接ウエハーの加工面と接触する層が独立空洞を多数有しており、かつ適度の硬度、圧縮率、並びに圧縮回復率を有し、上記(1)~(4)の問題を解決し、また要求を満たす、裏面にクッション層を設ける必要がない研磨パッドを提供することにある。

[0014]

【課題を解決するための手段】本発明は合成樹脂製の研磨パッドであって、ショアD硬度が50以上、圧縮率が $1.3\sim5.5\%$ 、かつ圧縮回復率が50%以上であることを特徴とするものである。

【0015】上記の構成を有する研磨パッドは、クッション層を設ける必要がなく、その結果研磨層が本来有する平坦化能力を損なうことなく高精度の研磨が行える。 即ち、局部的にも全体的にも加工精度が向上する。

【0016】ショアD硬度が50未満では硬度が低過ぎ 50 孔の密度が高い空洞含有ポリエステル系シート層を得る

て、また圧縮率が1.3未満ではいずれも研磨工程における圧縮と荷重の開放の繰り返しにより研磨パッドの圧密化が起こり、加工精度が低下し、5.5%を超えると平坦化精度が低下するという問題が生じる。圧縮回復率が50%未満でもやはり圧密化が起こり、好ましくない。

【0017】圧縮率はより好ましくは1.5~4.0%、特に好ましくは1.8~2.5%である。また合成樹脂は熱可塑性樹脂、特に高剛性熱可塑性樹脂であることが、好適である。圧縮回復率は高い方、即ち100%に近い方がよい。

【0018】圧縮率、圧縮回復率は、下記の式にて表される。

圧縮率 (%) = 100 (T₁ - T₂) / T₁ 圧縮回復率 (%) = 100 (T₃ - T₂) / (T₁ - T₂)

ここに $T_1 \sim T_3$ は、直径 5 mmの円筒状の圧子を使用し、

T: :無負荷状態から60秒かけて300g/cm²の 応力を負荷したときのシートの厚み

T₂: T₁ の状態から60秒かけて1800g/cm² の応力を負荷したときのシートの厚み

 $T_2: T_2$ の状態から60秒かけて300g/cm² の応力とした後、300g/cm² の応力に60秒保持したときのシートの厚みである。

【0019】本発明の研磨パッドは、内部に独立空洞を 多数含有する空洞含有熱可塑性樹脂であることが好適で ある。

【0020】上記の構成により、本発明の硬度、圧縮率、圧縮回復率を容易に達成することができる。

[0021]

【発明の実施の形態】本発明の研磨パッドを構成する合成樹脂としては、上述のように高剛性即ち高圧縮弾性率の熱可塑性樹脂が好適に使用され、具体的には、ポリエチレンテレフタレート(PET)等のポリエステル樹脂、ポリプロピレン(PP)、ポリエチレン(PE)、ポリアミド(PA)等が例示される。

【0022】合成樹脂に多数の空洞を形成する手段についてとしては、合成樹脂(マトリックス樹脂)に非相溶40 性熱可塑性樹脂を混合し、この非相溶性熱可塑性樹脂を核として形成する方法が好適である。

【0023】研磨パッドを構成するマトリックス樹脂としてPETを使用する場合、非相溶性熱可塑性樹脂は、ポリスチレン系樹脂、ポリメチルペンテン系樹脂、ポリプロピレン系樹脂のうちの少なくとも一種類以上を含有するものであることが好適である。

【0024】ポリエステルに相溶性のない熱可塑性樹脂として上記の非相溶性熱可塑性樹脂を使用することによって、空孔の径が小さく偏平であって、しかも表面の空孔の密度が真い空洞会有ポリエステルズミット屋を得る

ことができる。「表面の」とは、ドレッシングして得られる、シート内部から新たに露出する表面も含む意味である。

【0025】研磨パッドを構成するマトリックス樹脂としてPP、PEを使用する場合には、好適な非相溶性熱可塑性樹脂としては、架橋タイプのポリメチルメタクリレート等が例示される。

【0026】研磨パッドを構成するマトリックス樹脂としてポリエステル樹脂を使用し、非相溶性熱可塑性樹脂として、ポリスチレン系樹脂と特定のポリオレフィン系 10 樹脂を特定の重量比で混合した樹脂を使用することは好ましい実施態様である。具体的には、ポリスチレン系樹脂、ポリメチルペンテン系樹脂及びポリプロピレン系樹脂を含有し、研磨パッド構成樹脂中の前記ポリスチレン系樹脂含有量をa(wt%)、前記ポリメチルペンテン系樹脂含有量をb(wt%)、前記ポリプロピレン系樹脂含有量をc(wt%)としたとき、

0. $0.1 \le a / (b+c) \le 1$ $c / b \le 1$

 $3 \le a + b + c \le 50$

が満足されるものであることが好ましい。

【0027】ポリスチレン系樹脂やポリメチルペンテン系樹脂の使用量が上記範囲を充たさなくなるほど多い場合には、これらの非相溶性熱可塑性樹脂が粗粒分散する傾向が強く、研磨パッド表面にムラが発生し、非相溶性熱可塑性樹脂が上記範囲を充たさなくなるほど少ない場合には、上記のムラは改善されるがシートの空洞含有率を大きくすることには限界が生じる。

【0028】本発明の研磨パッドの形状は使用する装置等により選択されるものであって、正方形、長方形、多30角形、円形等、いずれであってもよいが、円形であることが好ましい。

【0029】本発明の研磨パッドの研磨表面、即ち独立空洞ポリエステルシート面には、連続状であって、研磨パッドの端面に開口する溝を設けることも好適な態様である。これらの溝は、研磨により発生した研磨屑等、研磨表面を損傷する可能性のあるものを研磨面から排出するのに有効である。溝の深さは0.1mm~0.5mm程度が好ましく、独立空洞ポリエステルシート面に1~5mm程度の間隔にて形成されていることが好ましい。溝の断面形状は、円弧形状、三角形等、特に限定されるものではない。

【0030】また、上述の溝と同様の効果を得るために、空洞含有ポリエステルシートに、パンチング法等により貫通孔を設けることも好適な態様である。前記貫通孔の大きさ並びに配設ピッチは特に限定されるものではないが、貫通孔径は0.5 mm~5 mm程度であることが好ましく、また隣接する孔との距離は、1.2 mm~12 mmであることが好ましい。貫通孔径が大き過ぎると研磨効果が低下し、ポリエステルシート強度も低下

し、小さ過ぎると貫通孔の効果が十分発揮されない。隣接する孔との距離が小さ過ぎるとポリエステルシート強度が低下し、大き過ぎると貫通孔の密度が小さくなり過ぎて効果が十分得られなくなる。

【0031】本発明の研磨パッドを使用して研磨作業を行うに際しては、公知の助剤、例えば潤滑材や研磨剤を使用することは好適な態様であり、具体的にはアルミナ、セリア、シリカ等の研磨剤やこれらを水や液状有機化合物に分散・懸濁させたスラリーが例示される。

【0032】以下においては、本発明の研磨パッドとして特に好適な空洞含有ポリエステルフィルムについて、さらに具体的な特性とその製造法を記す。空洞含有ポリエステルフィルムは、微細空洞率は10体積%以上であることが好ましく、20~80体積%であることがより好ましく、特に好ましくは25~50体積%である。また、限定するものではないが、2次転移点は65℃以上であることが好ましい。空洞率が10体積%未満では、空孔の密度が高くならず、80体積%を超えると、パッドの強度が低下する。

20 【0033】なお空洞率は、

空洞率(%) = $100 \times ($ 真比重 - 見かけ比重)/ 真比重

により計算される。

【0034】本発明において好適な独立空洞含有ポリエステルシートを製造するためのポリエステルは、テレフタル酸、イソフタル酸、ナフタレンジカルボン酸等の芳香族ジカルボン酸又はそのエステルとエチレングリコール、ジエチレングリコール、1,4ーブタンジオール、ネオペンチルグリコール等のグリコールとを重縮合させて製造されるポリエステルである。

【0035】これらのボリエステルは芳香族ジカルボン酸とグリコールとを直接反応させるか、芳香族ジカルボン酸のアルキルエステルとグリコールとをエステル交換反応させた後重縮合させるか、あるいは芳香族ジカルボン酸のジグリコールエステルを重縮合させる等の方法によって製造する。

【0036】上述のポリエステルの代表例としてはポリエチレンテレフタレート、ポリエチレンブチレンテレフタレート、ポリエチレンでチレンテレフタレート、ポリエチレンー2,6ーナフタレート等が挙がられる。このポリエステルはホモポリマーであってもよく、第三成分を共重合したコポリマーであってもよい。いずれにしても本発明において用いるポリエステルは、エチレンテレフタレート単位、ブチレンテレフタレート単位あるいはエチレンー2,6ーナフタレート単位が70モル%以上、好ましくは80モル%以上、更に好ましくは90モル%以上であるポリエステルが好ましい

【0037】本発明において空洞含有ポリエステルシートの製造に用いる非相溶性性熱可塑性樹脂は、上記した 50 ポリエステルに非相溶性のものでなければならない。具 体的には、ポリスチレン系樹脂、ポリオレフィン系樹脂、ポリアクリル系樹脂、ポリカーボネート樹脂、ポリスルホン系樹脂等やこれらを主成分とする樹脂があげられる。併用するのに好ましい樹脂としては、ポリメチルペンテン系樹脂、ポリプロピレン系樹脂等のポリオレフィン系樹脂、ポリスチレン系樹脂の1種以上を含有する樹脂が、特に好適である。

【0038】ポリスチレン系樹脂とは、ポリスチレン構造を基本構成要素として含む熱可塑性樹脂であり、アタクティックポリスチレン、シンジオタクティックポリス 10 チレン、アイソタクティックポリスチレン等のホモポリマーの他に、他のモノマー成分をグラフト重合、或いはブロック共重合した改質樹脂を含む意味である。かかる改質樹脂としては、耐衝撃性ポリスチレン樹脂、変性ポリスチレン樹脂、さらにはホモポリマーやこれらの樹脂に相溶性を有するポリフェニレンエーテル等の樹脂との混合物も例示される。

【0039】以下に本発明における研磨パッドとして好適な空洞含有ポリエステルシートの製造方法について説明する。他のマトリックス樹脂を使用した場合にもこの方法に準じた方法により、研磨パッドを作製することができる。

【0040】本発明においては、まずポリエステルと該ポリエステルに非相溶性の熱可塑性樹脂を混合させた重合体混合物を製造する。この重合体混合物は、たとえば、各樹脂のチップを混合し押出機内で溶融混練した後、押出して固化することによって得る方法、あらかじめ混練機によって両樹脂を混練後固化し、更に押出機り再度溶融・押出しを行って固化する方法、ポリエステルの重合工程においてポリエステルに非相溶性の熱・押出しを行って固化する方法により得ることができる。固化して得られた重合体シート(未延伸シート)は通常、無配向もしくは弱い配向状態のものである。また、ポリエステルに非相溶性の熱可塑性樹脂はポリエステル中に、球状もしくは楕円球状、もしくは糸状など様々な形状で分散した形態をとって存在する。

【0041】上記重合体混合物には、微細空洞の調整やフィルムの滑り性の調整のため、必要に応じて無機粒子を含有することができる。無機粒子としては酸化セリウ 40ム、酸化ジルコニウム、酸化アルミニウム、酸化クロム、酸化チタン、二酸化珪素、炭酸カルシウム、硫酸バリウム等が例示されるが、特に限定されるものではない。

【0042】こうして得た重合体混合物を、更に速度差をもったロール間での延伸(ロール延伸)やクリップで把持して拡げていくことによる延伸(テンター延伸)や空気圧によって拡げることによる延伸(インフレーション延伸)等によって少なくとも1軸に配向処理する。このときに、ポリエステルとポリエステルに分散した非相 50

溶性熱可塑性樹脂との界面で剥離が起こり重合体混合物 に空洞が多数発生し、空洞含有ポリエステルシートが形 成される。

8

【0043】ポリエステルに混合する、ポリエステルに非相溶性熱可塑性樹脂の添加量は、目的とする微細空洞の量によって異なるが、ポリエステル100重量部に対して3~50重量部が好ましく、特に10~40重量部が好ましい。3重量部未満では、微細空洞の生成量を多くすることに限界がある。非相溶性熱可塑性樹脂添加量を多くすると高くなり、表面の空孔の密度が高くなり、好ましいが、50重量部を越えると、ポリエステルフィルムの持つ耐熱性や強度が大きく損なわれる場合があり、好ましくない。

【0044】上述のように、本発明の研磨パッドは、押出成形により製造することができるために、厚み方向の密度変動が、従来のポリウレタン系研磨パッド(密度変動は15~20%)と比較して、1~2%程度にまで抑制することが可能である。

【0046】空洞密度、空洞率(発泡率)、空洞の大きさ、形状等は、非相溶性熱可塑性樹脂の添加量、延伸方法、延伸倍率、必要に応じて添加する無機粒子の性質、添加量等により調整される。従来のポリウレタンを使用した場合には、空洞率は30~35%に制限されたが、本発明によれば、空洞率はさらに広い範囲に容易に調整可能である。

【0047】延伸方法は一軸延伸、二軸延伸のいずれも使用可能である。二軸延伸法によれば、耐熱性、物理特性に関しては優れた空洞含有合成樹脂製シートが得られるが、膜厚が500μmを超えるものは難しく、数枚を貼り合わせて通常使用される研磨パッドの厚みである1mm程度とする必要がある。一軸延伸法の場合には、1mmの厚さの空洞含有合成樹脂製シートを容易に作製することができる。耐熱性では二軸延伸法に比較して劣るが、研磨時の温度は50℃を超えることはなく、合成樹脂のガラス転移温度以下であり、実用上の問題は起こらない。

【0048】上述のように製造された空洞含有ポリエス

テルシートの表面の空孔の密度は、空洞率30%となるように非相溶性樹脂を添加して縦、横各2.5倍に延伸した場合、得られるシートの表面の空孔の密度は、数千~1万5千個/mm²にもなり、従来技術によって得られる研磨パッドと比較して格段に多い。空孔径が小さいこと、数が多いことから砥粒保持密度が大きくなる。その結果、研磨速度向上が達成できる。

【0049】また、空洞含有ポリエステルシートにて例示される高圧縮弾性率の熱可塑性樹脂の使用により、空洞含有シートの圧縮率を、クッション層不要の研磨パッ 10ドに要求される2%としても、圧縮回復率が80~90%、ショアD硬度が65以上が実現可能となる。即ち、クッション層不要のCMP研磨加工用の研磨パッドが得られる

【0050】上述の方法により製造された空洞含有ポリエステルシートの空洞の形状は、図1に示すように表面方向からみた形状が長い楕円形(A)で、厚さ方向からみた形状は底の浅い皿状である(B)。この空孔の形状はシートの縦方向、横方向の延伸倍率により決定されるものであり、通常は縦延伸の後、横延伸をするため、縦 20方向(シート長手方向)が長径となり、横方向と厚さ方向が短径となる。長径としては、 $5\sim30\,\mu$ m、短径としては、 $1\sim4\,\mu$ m、深さは $1\sim5\,\mu$ m程度であるものが製造可能である。このように、特に厚さ方向が、従来技術の研磨パッドの空孔径(約 $100\,\mu$ m)よりもはるかに小さな空孔が得られるために、ドレッシングに要する時間が飛躍的に短縮可能となる。

【0051】また、本発明の研磨パッドを構成する空洞含有熱可塑性樹脂シートの製造に際して、Tダイによる押し出し成形で厚み規制をすることができるため、面内のシート厚み精度が高く、 3σ にて少なくとも $1\sim2\%$ 程度におさめることができる。現行のスライス加工の発泡ウレタンでは、前述のように、せいぜいで 3σ で $5\sim6\%$ 程度であり、本発明が優れた平滑性を有する研磨パッドであることが明らかである。さらに、製造直後においてかかる平坦性を有しているために、研磨パッドの前処理工程を簡略化できるという効果も得られる。

【0052】本発明の研磨パッドの研磨層である空洞含有熱可塑性樹脂シートの製造には、通常のフィルム製造工程である連続工程が適用できる。従来の発泡ウレタンシートのように、発泡工程、架橋剤添加・混合工程、射出成型工程、スライス工程のように、各工程がバッチ工程によるしかないものに比し、工程が簡単であり、低コストで製造することができる。

【0053】本発明の空洞含有熱可塑性樹脂シートは、 任意の厚みで作成可能である。従って、当然、現行のポ リウレタンで採用されている1mm程度のものも作成可 能であるし、それ以下の厚みのものも製造できる。

【0054】延伸処理した微細空洞含有熱可塑性樹脂シートは、130℃以上、好ましくは180℃以上で熱固 50

定を行うと高温での寸法安定性を向上させることができ、局部的な摩擦熱に対する耐久性が改善される。

[0055]

[0057]

【実施例】本発明の実施例を、合成樹脂として高剛性熱可塑性樹脂であるPETを使用し、非相溶性熱可塑性樹脂を使用して多数の独立空洞を含有するシートとした例に基づき説明する。

【0056】圧縮率と圧縮回復率は、直径5mmの円筒状の圧子を使用し、マックサイエンス社製TMAにて25%にて T_1 ~ T_3 を測定し、下記の式にて求めた。

圧縮率 (%) = $100 (T_1 - T_2) / T_1$ 圧縮回復率 (%) = $100 (T_3 - T_2) / (T_1 - T_2)$

 T_1 :無負荷状態から60秒かけて300g/ cm^2 の応力を負荷したときのシートの厚み

 $T_2: T_1$ の状態から 60 秒かけて 1800 g $/ cm^2$ の応力を負荷したときのシートの厚み

 T_3 : T_2 の状態から60秒かけて300g/cm² の応力とした後、300g/cm² の応力に60秒保持したときのシートの厚みである。

【0058】 (研磨パッドサンプル1の作成) 固有粘度 0.62のポリエチレンテレフタレート (PET) 85 重量部とメルトフローインデックス2.0のポリスチレ ン(三井東圧株式会社製トーポレックス570-57 U) 15重量部との混合物をベント式二軸押出機に供給 して混練し、その押出機のTダイより、温度30℃の冷 却ドラム上に押し出して、厚み1800μmの未延伸シ ートを得た。引き続き、この未延伸シートを85℃に加 熱し、延伸ロールにて3.4倍の縦延伸を施した。次い で、120℃に加熱してテンターで3.2倍の幅方向延 伸を行った。このようにして得られたシートの厚みは2 35μmで、見かけ比重は1.005、空孔率は約30 %であった。さらに、この空洞含有ポリエステルシート を4枚、接着剤層を介して積層し、厚み0.95mmの シート(空洞含有ポリエステルシート1)を得た。(空 洞含有ポリエステルシート1)をに対して直径2mm、 5mmピッチのパンチング処理を行った後、直径300 mmの円板状に打ち抜き、研磨パッドサンプル1とし た。このようにして得られた研磨パッドサンプル1は、 空洞密度が13500個/mm²、圧縮率は1.9%、 圧縮回復率は75%、ショアD硬度は67であった。 【0059】 (研磨パッドサンプル2の作成) 研磨パッ

「は0039」(研磨ハットサンノル2の作成)研磨ハッドサンプル1の作製に使用した空洞含有ポリエステルシート1の表面に10mm間隔で幅2mm,深さ0.4mmの格子状の溝を形成し、直径300mmの円板状に打ち抜き、研磨パッドサンプル2とした。このようにして得られた研磨パッドサンプル2は、研磨パッドサンプル1と同じく、空洞密度が13500個/mm²、圧縮率

は1.9%、圧縮回復率は75%、ショアD硬度は67 であった。

【0060】(研磨パッドサンプル3)固有粘度0.6 2のポリエチレンテレフタレート(PET)85重量部とメルトフローインデックス2.5のポリプロピレン(住友化学製FS2011)15重量部との混合物をベント式二軸押出機に供給して混練し、その押出機のTダイより、温度30度Cの冷却ドラム上に押し出して、厚み3500 μ mの未延伸シートを得た。引き続き、この未延伸シートを125 ∞ に加熱し、延伸ロールにて5倍 10の縦延伸を施した。次いで、テンターで165 ∞ に加熱し、5倍の幅方向延伸を行った。このようにして得られたシートの厚みは230 μ mで、比重は0.59、空孔率は約35%であった。さらにこの空洞合有シートを4枚、接着剤層を介して積層して厚み0.94mmのシート(空洞合有シート2)を得た。

【0061】得られた空洞合有シート2の表面に直径2mm、5mmピッチのハンチング加工を施した後、直径300mmの円板状に打ち抜き、研磨パッドサンプル3とした。研磨パッドサンプル3の空洞密度は11500個/mm²、圧縮率は2.1%、圧縮回復率は68%、ショアD硬度は58であった。

【0062】 (研磨パッドサンプル4) 市販のポリウレ タン製研磨パッドである、IC-1000A21(上 層) / SUBA400 (下層=クッション層) 積層体パ ッド(ロデール社製)を研磨パッドサンプル4とした。 【0063】 (研磨パッドサンプル5) 固有粘度0.6 2のポリエチレンテレフタレート90重量部とメルトフ ローインデックス2.0のポリスチレン10重量部との 混合物をを使用し、(空洞含有シート1)と同様の方法 により、縦延伸及び幅方向延伸を実施し、厚み170μ mの空洞含有シート(空洞含有シート3)を作製した。 得られたシートの比重は1.31で、空洞含有率は6% であった。このシートを研磨パッドサンプル1と同様 に、接着剤層を介して5枚積層して厚さ0.85mmの シートとした後にパンチング処理を施し、直径300m mの円板状に打ち抜き、研磨パッドサンプル5を得た。 研磨パッドサンプル5の空洞密度は1000個/mm

² 、圧縮率は0.7%、圧縮回復率は89%、ショアD 硬度は70であった。

12

【0064】(研磨パッドサンプル6)固有粘度0.62のポリエチレンテレフタレート60重量部とメルトフローインデックス2.0のポリスチレン40重量部と成化なり、混合物をを使用し、(空洞含有シート1)と同様の方法により、縦延伸及び幅方向延伸を実施し、厚み340 μ mの空洞含有シート(空洞含有シート4)を作製した。得られた(空洞含有シート4)の比重は1.31で、空洞含有率は6%であった。このシートを研磨パッドサンプル1と同様に、接着剤層を介して3枚積層して厚さ1.02mmのシートとした後にパンチング処理を施し、直径300mmの円板状に打ち抜き、研磨パッドサンプル5を得た。研磨パッドサンプル5を得た。研磨パッドサンプル5の空洞密度は23000個/mm²、圧縮率は6.0%、圧縮回復率は45%、ショアD硬度は48であった。

【0065】 [研磨評価] 単結晶シリコン表面に500 0オングストロームのSiO。膜を形成したウエハーを加工材として、評価に使用し、以下の条件で研磨評価を行った。研磨装置としては、試験研磨装置として一般的なラップマスター/LM15(ϕ 4インチ対応)を使用した。また研磨スラリーとしては、セリア(CeO_2) ゾル(日産化学社製)を使用した。研磨ヘッドに被加工材であるウエハーを水吸着/標準バッキング材(NF200)条件にて保持し、プラテン(研磨パッド支持台)に上述の研磨パッドサンプル1~6をそれぞれ貼りつけて固定し、研磨圧力として $200g/cm^2$ 、研磨ヘッドとプラテン間の相対速度として、30m/minを与え、研磨スラリー供給速度110cc/minにて2分間研磨操作を行い、研磨速度を測定した。

【0066】 [Non-uniformity評価] 研磨後の $\phi447$ チのウエハーの研磨面 25 箇所についてR max 、R min を触針計を使用して測定し、式 $100 \times (R$ max -R min) /(R max +R min) による数値(%)を求め、ウエハー面全体のR Non-uniformityの評価結果とした。結果は表 R に示した。

[0067]

【表1】

研磨パッドサンプル	研磨速度(Å/min)	Non-uniformity (%)
1(実施例)	1600	7. 8
2 (実施例)	1800	7. 1
3 (実施例)	1400	8. 5
4 (比較例)	980	10. 5
5 (比較例)	6 5 0	20. 5
6 (比較例)	950	20. 5

【図面の簡単な説明】

*を示した図

【図1】本発明の研磨シートの研磨面の空孔の形状の例*

【図1】

